

Rec'd PCT 20 JUN 2005

PCT/JP03/16384

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

20. 1. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 1 月 3 1 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 0 2 3 9 2 9
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 2 3 9 2 9]

RECEIVED	
05 MAR 2004	
WIPO	PCT

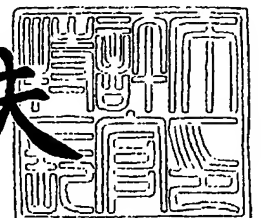
出 願 人
Applicant(s): 電気化学工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 2 月 2 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 1 1 5 8 9

【書類名】 特許願

【整理番号】 A101840

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08F 36/18

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県西頸城郡青海町青海 2 2 0 9 番地 電気化学工業株式会社 青海工場内

【氏名】 八嶋 裕之

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県西頸城郡青海町青海 2 2 0 9 番地 電気化学工業株式会社 青海工場内

【氏名】 望月 健二

【特許出願人】

【識別番号】 000003296

【氏名又は名称】 電気化学工業株式会社

【代表者】 晝間 敏男

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 028565

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

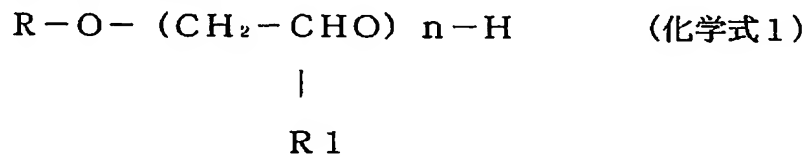
【発明の名称】 ポリクロロプレンラテックスおよびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物

【特許請求の範囲】

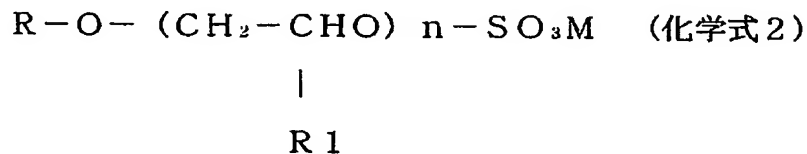
【請求項 1】 クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計 100 質量部を共重合したものであり、なおかつ下記化学式 1 の特定構造を有するノニオン系乳化剤 0.5～10 質量部及び下記化学式 2 の特定構造を有するアニオン系乳化剤 0.1～2.0 質量部を含むポリクロロプレンラテックス。

【化 1】

〔ノニオン系乳化剤の化学構造〕



〔アニオン系乳化剤の化学構造〕



R: ベンゼン環及び／またはナフタレン環を 1 個以上
含む置換基

n: 1～200

R1: 水素またはアルキル基

M: 1 価のカチオン

【請求項 2】 エチレン性不飽和カルボン酸が単量体中に 0.3～10 質量% 含まれることを特徴とする請求項 2 記載のポリクロロプレンラテックス。

【請求項 3】 請求項 1 記載のノニオン系乳化剤 0.5～10 質量部とアニオ

ン系乳化剤 0.1～2.0 質量部の存在下にクロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計 100 質量部を共重合させることを特徴とするポリクロロプレンラテックスの製造方法。

【請求項 4】請求項 1 記載のノニオン系乳化剤 0.5～10 質量部の存在下にクロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計 100 質量部を共重合した後に、請求項 1 記載のアニオン系乳化剤 0.1～2.0 質量部を添加することを特徴とするポリクロロプレンラテックスの製造方法。

【請求項 5】請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載したポリクロロプレンラテックスに粘着付与樹脂を添加して得られることを特徴とする水系接着剤組成物。

【請求項 6】請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載したポリクロロプレンラテックス組成物に粘着付与樹脂と金属酸化物を添加して得られることを特徴とする水系接着剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、接着剤として有効なポリクロロプレンラテックスおよびその製造方法に関する。さらに初期接着力、常態接着力、接着耐水性等の接着性能に優れ、水系コンタクト型接着剤として好適なポリクロロプレンラテックスを用いた水系接着剤組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、ポリクロロプレンをベースとした接着剤は溶剤型が主流であった。しかし、近年溶剤型接着剤は製造や使用の際の有機溶剤による衛生性、火気危険性、環境汚染などの問題から、脱溶剤化の要求が高まっている。

【0003】

脱溶剤化の手法としては、溶剤型接着剤をラテックス接着剤に代替する方法が有効と考えられ、各種ポリマーを使用したラテックス接着剤の検討が盛んに行われている。

【0004】

なかでもポリクロロプレンラテックス接着剤は、接合する被着体の双方に塗布し、これらの接着剤層を乾燥した後に貼り合わせることにより、貼り合わせ直後から高い接着力を発現する。こうした特徴から、水系コンタクト型接着剤としての利用を期待されている反面、溶剤系接着剤と比較して初期接着強度、耐水性等の接着性能が劣り、この点の改良が課題とされてきた。

【0005】

従来は、クロロプレンを不飽和カルボン酸、ポリビニルアルコール、連鎖移動剤の存在下で重合するポリクロロプレンラテックス接着剤の製造方法がある（例えば特許文献1参照。）が、このようなポリクロロプレンラテックスでは接着耐水性が不十分であった。

【0006】

【特許文献1】特開平06-287360号公報（第2頁；請求項1、第3～6頁；製造例1～8）

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような従来技術の問題点を解決し、初期接着力、常態接着力及び耐水接着性に優れ、かつ機械的安定性の良好な水系接着剤用のポリクロロプレンラテックスとその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物を提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決すべく、鋭意検討を重ねた結果、クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計100質量部を共重合したものであり、化学式1の特定構造を有するノニオン系乳化剤0.5～10質量部及び化学式2の特定構造を有するアニオン系乳化剤0.1～2.0質量部含むポリクロロプレンラテックスを用いた水系接着剤組成物が接着特性に優れることを見いだし、本発明を完成させるに至った。

【0009】

即ち、本発明は、クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体

の合計 100 質量部を共重合したものであり、化学式 1 の特定構造を有するノニオン系乳化剤 0.5～10 質量部及び化学式 2 の特定構造を有するアニオン系乳化剤 0.1～2.0 質量部含むポリクロロプレンラテックスとその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物に関するものである。

【0010】

本発明におけるエチレン性不飽和単量体としては、例えばアクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、フマル酸、マレイン酸、シトラコン酸等が挙げられ、必要に応じて二種類以上使用しても構わない。なお本発明においてはアクリル酸、メタクリル酸を使用することが好ましく、特にメタクリル酸を使用することが好ましい。

【0011】

本発明におけるエチレン性不飽和カルボン酸の添加量は、単量体中に 0.3～10 質量%含まれることが好ましい。より好ましくは 1～5 質量%である。エチレン性不飽和カルボン酸の添加量が 0.3 質量%未満ではポリクロロプレンラテックス組成物の機械的安定性が悪くなり、10 質量%を越える場合には、水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

【0012】

本発明におけるノニオン系乳化剤とは下記の構造を有するものである。

【化 2】



|
R 1

R: ベンゼン環及び／またはナフタレン環を 1 個以上
含む置換基

$n = 1 \sim 200$

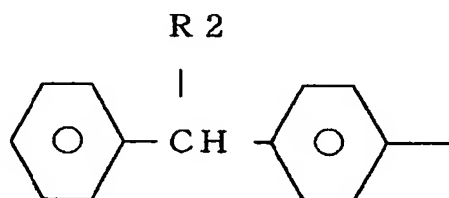
R 1: 水素またはアルキル基

置換基 R の具体例としては例えば下記 (I)～(XIII) の構造が挙げられる

また、これら構造は混合物であっても構わない。

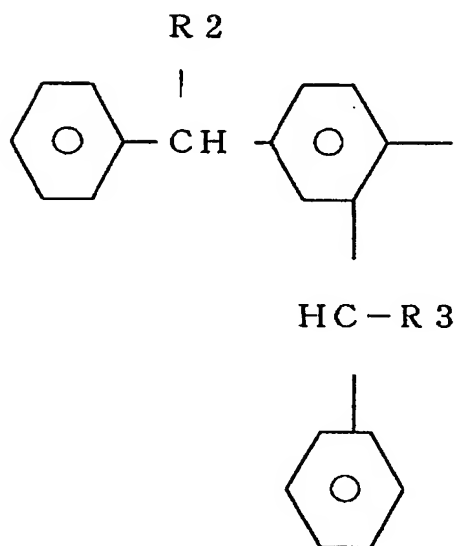
【化3】

(I)



R₂：水素またはアルキル基

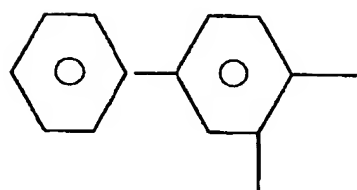
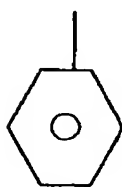
(II)



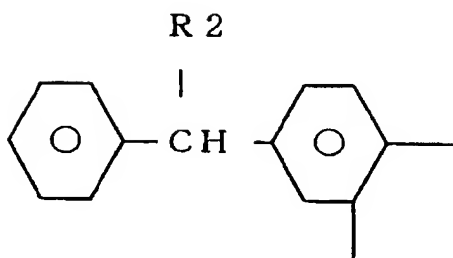
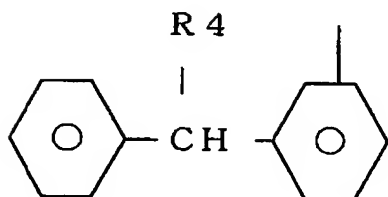
R₂、R₃：水素または炭素数1～6のアルキル基

【化4】

(Ⅲ)

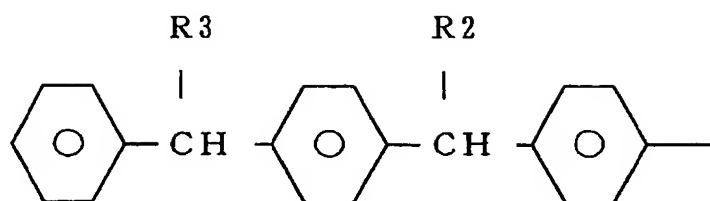
HC-R₂R₂: 水素または炭素数1～6のアルキル基

(Ⅳ)

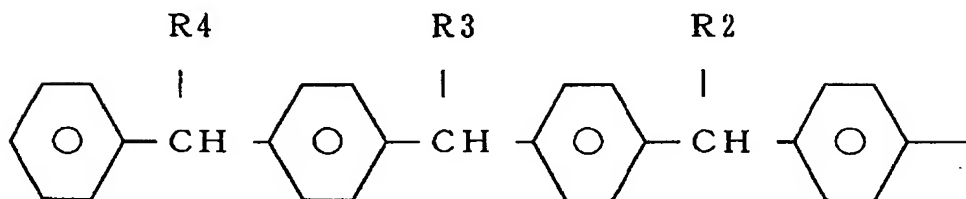
HC-R₃R₂, R₃, R₄: 水素または炭素数1～6のアルキル基

【化5】

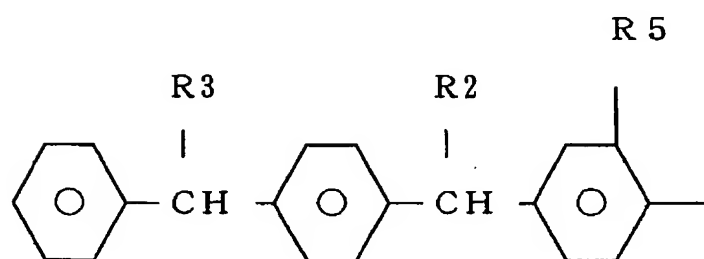
(V)

R₂, R₃: 水素または炭素数1～6のアルキル基

(VI)

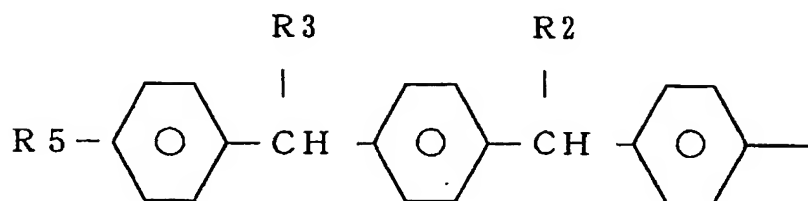
R₂, R₃, R₄: 水素または炭素数1～6のアルキル基

(VII)

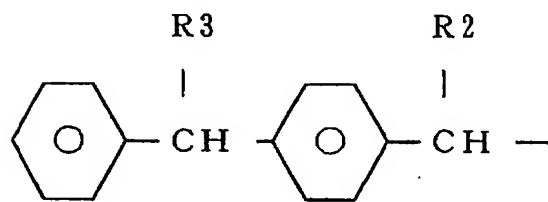
R₂, R₃: 水素または炭素数1～6のアルキル基R₅: 炭素数1～6のアルキル基または水酸基

【化6】

(VIII)

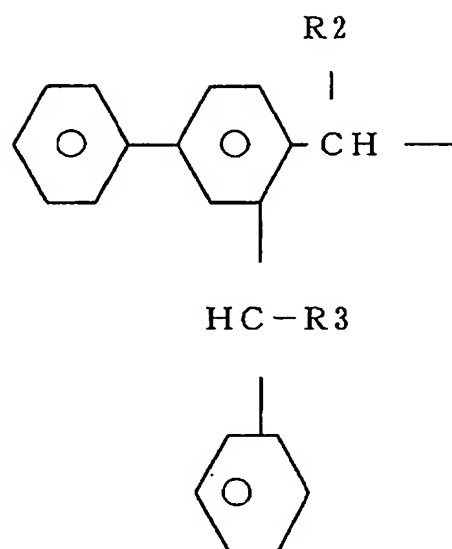
R₂, R₃: 水素または炭素数1～6のアルキル基R₅: 炭素数1～6のアルキル基または水酸基

(IX)

R₂, R₃: 水素または炭素数1～6のアルキル基

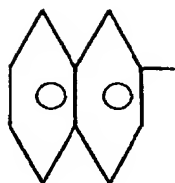
【化7】

(X)

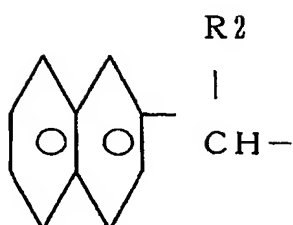


R2, R3: 水素または炭素数1～6のアルキル基

(XI)



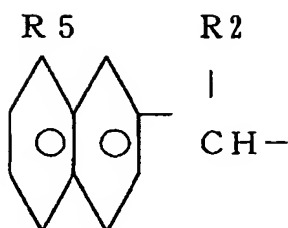
(XII)



R2: 水素または炭素数1～6のアルキル基

【化 8】

(XIII)

R₂: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基R₅: 炭素数 1～6 のアルキル基または水酸基

【0013】

本発明のノニオン系乳化剤は、例えばポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレンナフチルエーテル、ポリオキシエチレンヒドロキシナフチルエーテル、ポリオキシエチレンクレジルナフチルエーテル等を挙げることができる。

これらは混合物であっても構わない。

【0014】

本発明のノニオン系乳化剤のHLB値は、特に限定されるものではない。HLB値としては9～18の範囲であることが好ましい。この範囲を外れるとクロロプレン単量体の安定な重合が困難になる。更に好ましいHLB値は12～17の範囲である。

HLB値とは、米国ICI社のグリフィン氏により考案された親水性、疎水性のバランスを示す指標であり、下記の式に従って算出される1～20の数値である。HLB値が高いほど親水性が高く、HLB値が低いほど親油性が高い。

$$HLB = (\text{親水基部分の分子量}) / (\text{界面活性剤の分子量}) \times (100 / 5)$$

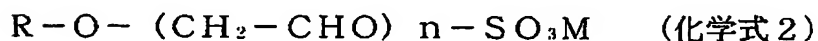
【0015】

本発明のノニオン系乳化剤の添加量は、単量体100質量部に対して0.5～10質量部である。更に好ましくは、1～7質量部である。0.5質量部に満たない場合は、ポリクロロプレンラテックス組成物の重合が困難になる。10質量部を越えると、水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

【0016】

本発明のアニオン系乳化剤は下記の構造を有するものである。

【化9】



ここに R: ベンゼン環及び／またはナフタレン環を1個以上含む置換基

$$n = 1 \sim 200$$

R1: 水素またはアルキル基

M: 一価のカチオン

置換基Rの具体例としては例えば前記の(I)～(XIII)の構造が挙げられる。また、これら構造は混合物であっても構わない。

置換基Mの具体例としてはリチウム、ナトリウム、カリウム、セシウム等のアルカリ金属イオン、アンモニア、トリメチルアミン、ジエチルアミン、トリエタノールアミン等の各種アミンが挙げられる。

【0017】

本発明のアニオン系乳化剤は、例えばポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン

トリスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレンナフチルエーテル、ポリオキシエチレンヒドロキシナフチルエーテル、ポリオキシエチレンクレジルナフチルエーテル等のスルホン酸ソーダ、スルホン酸カリウム及びスルホン酸アンモニウム等を挙げることができる。

これらは混合物であっても構わない。

【0018】

本発明のアニオン系乳化剤の添加量は、単量体100質量部に対して0.1～2.0質量部であり、好ましくは0.2～1.5質量部であることが好ましい。0.1質量部未満ではポリクロロプレンラテックス組成物の機械的安定性が不十分であり、2質量部を越えると水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

【0019】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合に使用される触媒としては過硫酸カリウム等の無機過酸化物、ケトンパーオキサイド類、パーオキシケタール類、ハイドロパーオキサイド類、ジアルキルパーオキサイド類、ジアシルパーオキサイド類等の有機過酸化物等を挙げることができる。

触媒としては過硫酸カリウムの使用が安定した重合を行う上で好ましい。また、過硫酸カリウムは0.1～5質量%の水溶液で使用する事が好ましい。

【0020】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合に使用される触媒の活性を高める上で、亜硫酸ソーダ、酸化鉄(II)、アントラキノン β スルホン酸ソーダ、フォルムアミジンスルホン酸、L-アスコルビン酸等を添加することができる。

【0021】

また本発明におけるポリクロロプレンラテックスについてトルエン不溶のゲル分含有率は特に制限されるものではなく、要求特性に応じて任意に変えることが

できる。ただ、水系接着剤組成物の初期接着強度がより重視される場合は、ゲル含有率を60質量%以下に抑えることが好ましい。また、水系接着剤組成物の耐熱性能が重視される場合はゲル含有率を20質量%以上とすることが好ましい。

【0022】

本発明のポリクロロブレンラテックスのゲル分含有率の制御に関しては、①連鎖移動剤の使用とその使用量、②重合温度又は③重合率の制御によって任意に行うことができる。

【0023】

連鎖移動剤としては、クロロブレン重合体の製造に一般的に用いられるものであれば特に制限はなく、例えばn-ドデシルメルカプタンやtert-ドデシルメルカプタン等の長鎖アルキルメルカプタン類、ジイソプロピルキサントゲンジスルフィドやジエチルキサントゲンジスルフィド等のジアルキルキサントゲンジスルフィド類、ヨードホルム等の公知の連鎖移動剤を使用することができる。

【0024】

重合温度は、0～55℃の範囲であることが重合制御上好ましい。なお重合反応をより円滑にかつ安全に行うには、重合温度を10～45℃とすることが好ましい。

【0025】

また最終重合率については、60質量%以上とすることが好ましく、80質量%以上とすることがより好ましい。

【0026】

本発明において、ポリクロロブレンラテックスの固形分濃度は40～65質量%の範囲にあることが好ましく、より好ましくは45～60質量%の範囲である。より高い固形分濃度とすることにより、乾燥速度が速く、初期接着性により優れたラテックスとなる。

なお固形分濃度については、重合時のモノマーと水の比率によっても調整できるが、重合後に濃縮を行い調整することが出来る。濃縮の方法としては、減圧濃縮等を挙げることができるが、特に限定されるものではない。

【0027】

本発明におけるポリクロロプレンラテックスには、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等の塩基性物質、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、りん酸3ナトリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸水素2カリウム、クエン酸3カリウム、クエン酸水素2カリウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、4 硼酸ナトリウム等の弱酸塩類を添加することにより、PHを自由に調整することができる。

【0028】

本発明におけるPH調整剤の添加方法は特に制限を受けるものではなく、PH調整剤粉末を直接添加するかまたは水で任意の割合に希釈して添加することができる。

PH調整剤の添加するタイミングとしては特に限定するものでは無く、重合開始前や重合終了後に添加することができる。

【0029】

本発明におけるポリクロロプレンラテックスには、前記構造以外のアニオン系界面活性剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、1：2 モル型脂肪族アルカノールアミド、ホルムアルデヒドナフタレンスルホン酸縮合物のナトリウム塩、ポバール等の分散助剤を添加することができる。添加するタイミングとしては特に限定するものでは無い。重合開始前、途中または終了後に添加することができる。

【0030】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合を停止させる目的でチオジフェニルアミン、ジエチルヒドロキシルアミン、ヒドロキノン、p-tertブチルカテコール、1, 3, 5-トリヒドロキシベンゼン、ヒドロキノンメチルエーテル、2, 6-ジ-tertブチル-4-メチルフェノール、2, 2-メチレンビス(6-tert-4-メチルフェノール)、4, 4-ブチレンビス(6-tertブチル-3-メチルフェノール)、エチレンビス(オキシエチレン)ビス[3-(5-tertブチル-4-ヒドロキシ-m-トリル)プロピオネート]、オクタデシル-3-(3, 5-ジ-tertブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、ペンタエリスリトールテトラキス[3-(3, 5-ジ-tertブチル-4-ヒドロキシフ

エニル) プロピオネート] 等の重合禁止剤を添加することができる。

【0031】

本発明の粘着付与樹脂としては、ロジン酸エステル樹脂、テルペンフェノール樹脂、クマロンーインデン樹脂、脂肪族炭化水素樹脂、芳香族樹脂等を挙げることができる。粘着付与樹脂としてはテルペンフェノール樹脂やロジン酸エステル樹脂のエマルジョンが、水系接着剤組成物の初期接着力や耐水性を発現させる上で好ましい。

【0032】

粘着付与樹脂の添加量（固形分換算）は、ポリクロロプレンラテックスの固形分100質量部に対して、10～100質量部が好ましく、20～70質量部が特に好ましい。10質量部未満では初期接着力が劣る場合があり、100質量部を越えると接着剤皮膜の形成が阻害され易い。

【0033】

本発明における金属酸化物としては酸化亜鉛、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム及び酸化鉄等を挙げることができる。酸化亜鉛、酸化チタン及び酸化アルミニウムが接着剤組成物の耐水性を良くする上で好ましく、特に酸化亜鉛の使用が好ましい。

【0034】

金属酸化物の添加量は0.2～6.0質量部が好ましく、特に0.5～3.0質量部が好ましい。0.2質量部未満では接着剤組成物の耐水性が不十分となる場合があり、5.0質量部を越えると初期接着力が悪くなる場合がある。

【0035】

本発明の水系接着剤組成物は炭酸カルシウム、シリカ、タルク又はクレー等の無機充填剤、ジブチルフタレートやプロセスオイルなどの可塑剤・軟化剤、ポリアクリル酸ナトリウム、水溶性ポリウレタン、メチルセルロース等の増粘剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、1:2モル型脂肪族アルカノールアミド、1:1モル型ジエタノールアミン、ポリオキシエチレンステアレート、ポパール等の界面活性剤、各種老化防止剤、紫外線吸収剤や酸化防止剤等を必要に応じて任意に配合することができる。

【0036】

本発明の水系接着剤組成物はポリクロロブレンラテックス、粘着付与樹脂及び金属酸化物等を混合して作られるが、混合装置は特に限定されるものではなく、スリーワンモーター、ホモジナイザーメディアミル、コロイドミル等の公知の装置を使用できる。

【0037】

本発明により得られた水系接着剤組成物は、紙、木材、布、皮革、レザー、ゴム、プラスチック、フォーム、陶器、ガラス、モルタル、セメント系材料、セラミック、金属などの同種、あるいは異種の接合接着用として好適である。

接着時の施工方法に関しては、刷毛塗り、コテ塗り、スプレー塗布、ロールコーター塗布などが可能である。

【0038】

【実施例】

以下実施例により本発明を具体的に説明するが、これらの実施例は本発明を限定するものでない。なお、下記の実施例において部及び％は、特に断りのない限り質量基準である。

【0039】

[実施例1]

内容積3リットルの反応器を用い、窒素気流下で、純水130部及びノニオン系乳化剤A（ニューコール714：日本乳化剤社製）5.0部、アニオン系乳化剤A（ニューコール707SN：日本乳化剤社製）を固形分換算で0.5部仕込み溶解後、攪拌しながらクロロブレン単量体97部、メタクリル酸3部、及びオクチルメルカプタン0.3部を加えた。これを40℃に保持しながら亜硫酸ナトリウムと過硫酸カリウムを開始剤として用い、最終重合率が90％に達したところで、チオジフェニルアミンの乳濁液を加えて重合を停止した。

【0040】

この重合後のラテックスに、20％ジエタノールアミンを12部添加してPHを中性になるよう調整した後、更に減圧下で水分を蒸発させ濃縮を行い、固形分濃度が50％となるように調整し、ポリクロロブレンラテックスを得た。

【0041】

[実施例 2]

内容積 3 リットルの反応器を用い、窒素気流下で、純水 130 部及びノニオン系乳化剤 A（ニューコール 714：日本乳化剤社製）5.0 部を仕込み溶解後、攪拌しながらクロロプレン単量体 97 部、メタクリル酸 3 部、及びオクチルメルカプタン 0.3 部を加えた。これを 40℃に保持しながら亜硫酸ナトリウムと過硫酸カリウムを開始剤として用い、最終重合率が、90%に達したところでチオジフェニルアミンの乳濁液を加えて重合を停止した。

【0042】

次に、この重合後のラテックスに、20%ジエタノールアミンを 12 部添加して PH を中性になるよう調整した後、アニオン系乳化剤 A（ニューコール 707 SN：日本乳化剤社製）有効成分として 0.5 部添加した。

更に減圧下で水分を蒸発させ濃縮を行い、固形分濃度が 50%となるように調整し、ポリクロロプレンラテックスを得た。

【0043】

[実施例 3]

実施例 1 において、アニオン系乳化剤を B（ニューコール 723 SF：日本乳化剤社製）に変更して実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

【0044】

[実施例 4]

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤を B（ノイゲン EA137：第一工業製薬社製）に変更して実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

【0045】

[比較例 1]

実施例 1 において、アニオン系乳化剤 A を除いて実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

【0046】

[比較例 2]

実施例1において、乳化剤としてポリビニルアルコール（PVA405：クレ社製）を使用して実施例1と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

【0047】

次に、実施例1～4及び比較例1，2で作成したポリクロロプレンラテックスについて、下記の機械的安定性の測定を行った。

結果を表1に示す。

〔機械的安定性の測定〕

JISK6828に準拠し、マロン式試験装置を使用し、50gのラテックスに荷重10kg、回転数1000rpmの剪断力を加えて測定した。生成した凝固物を乾燥計量し、下記の式により評価した。

$$\text{機械的安定性 (\%)} = \text{凝固物乾燥重量 (g)} / \text{ラテックス量 (50 g)} \times 100$$

【0048】

〔接着剤組成物の調整〕

実施例1～4及び比較例1，2で作成した各ポリクロロプレンラテックス100部（固形分換算）にテルペンフェノール系樹脂エマルジョン（荒川化学社製タマノルE-100）50部（固形分換算）及び酸化亜鉛エマルジョン（大崎工業社製AZ-SW）1部（固形分換算）を加えてスリーワンモータで10分間攪拌して、接着剤組成物を調整した。

【0049】

〔接着試験用サンプルの作成〕

次に帆布（25×150mm）2枚各々に、300g（固形分）/m²の上記接着剤組成物を刷毛で塗布し、80℃雰囲気下9分間乾燥した。その後室温で1分間放置した後、塗布面を張り合わせハンドローラーで圧縮し、接着試験用サンプルを作成した。

【0050】

〔初期剥離強度〕

接着試験用サンプルを10分間圧縮した後、引張り試験機を用い、引張り速度200mm/minで180°剥離強度を測定した。

【0051】

〔常態剥離強度〕

接着試験用サンプルを7日間圧縮した後、引張り試験機を用い、引張り速度200mm/minで180°剥離強度を測定した。

【0052】

〔耐水強度〕

接着試験用サンプルを7日間圧縮した後、水中に2日間浸漬し、引張り試験機を用い、引張り速度200mm/minで180°剥離強度を測定した。

【0053】

上記接着試験結果を表1に示す。

【0054】

【表 1】

ポリクロロブレン ラデックス処方 (部)	実施例 1				実施例 2				実施例 3				比較例 1				比較例 2			
	97				97				97				97				97			
クロロブレン	3				3				3				3				3			
メタクリル酸	0.3				0.3				0.3				0.3				0.3			
n-ドデシルメルカプタン	130				130				130				130				130			
純水	5.0				5.0				5.0				5.0				5.0			
ノニオン系乳化剤 A (1)																				
ノニオン系乳化剤 B (2)																				
アニオン系乳化剤 A (3)	0.5				0.5				0.5				0.5							
アニオン系乳化剤 B (4)																				
ポリビニルアルコール PVA-405																				
重合条件	40				40				40				40				40			
重合率	90				90				90				90				90			
クロブレンラデックスの性状	50				50				50				50				50			
機械的安定性	<0.1				<0.1				<0.1				<0.1				6.3			
濃度	100				100				100				100				100			
上記クロブレンラデックス	50				50				50				50				50			
テルペンフェノール系樹脂エマルジョン (5)	1				1				1				1				1			
酸化亜鉛エマルジョン (6)	5.0				5.0				5.0				5.0				5.0			
初期接着強度	5.3				5.3				5.1				5.1				5.2			
常態接着強度	4.8				4.8				4.7				4.6				4.9			
接着耐水性	1				1				1				1				1			
接着試験結果 (N/mm)	5.0				5.2				5.1				5.0				5.2			
(1) ノニオン系乳化剤 A ; ニューコール 714 (ポリオキシアルキレンジスチリルフェニルエーテル系、HLB=15.0 日本乳化剤社製)																				
(2) ノニオン系乳化剤 B ; ノイゲン EA137 (ポリオキシアルキレンジスチリルフェニルエーテル系、HLB=13.0 第一工業製薬社製)																				
(3) アニオン系乳化剤 A ; ニューコール 707 SN (ポリオキシアルキレンジスチリルフェニルエーテルスルホン酸ソーダ系、日本乳化剤社製、有効成分 30%)																				
(4) アニオン系乳化剤 B ; ニューコール 723 SF (ポリオキシアルキレンジスチリルフェニルエーテルスルホン酸アミンモニウム系、日本乳化剤社製、有効成分 30%)																				
(5) テルペンフェノール系樹脂エマルジョン ; タマノール E-100 (荒川化学工業社製、有効成分 50%)																				
(6) 酸化亜鉛エマルジョン ; AZ-SW (大崎工業社製、有効成分 50%)																				

【0055】

【発明の効果】

以上の実施例と比較例の比較より、本発明の製造方法により得られたポリクロ
ロプレンラテックスを含む水系接着剤組成物は初期接着強度や耐水性に優れてい
ることが明かであり、合板など木材接着、紙材、布、合成樹脂、鋼板、セメント
基質等の接着に特に好適である。

【書類名】 要約書**【要約】**

【課題】 機械的安定性に優れたポリクロロプレンラテックスとその製造方法、それを用いた初期接着力、常態接着力及び耐水接着性に優れた水系接着剤組成物を提供する。

【解決手段】 クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計 1 0 0 質量部を共重合したものであり、なおかつ特定構造を有するノニオン系乳化剤 0 . 5 ～ 1 0 質量部及びアニオン系乳化剤 0 . 1 ～ 2 . 0 質量部を含むポリクロロプレンラテックスを用いた水系接着剤組成物。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-023929
受付番号	50300158515
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年 2月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成15年 1月31日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 2 3 9 2 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 2 9 6]

1. 変更年月日

2 0 0 0 年 1 2 月 4 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都千代田区有楽町 1 丁目 4 番 1 号

氏 名

電気化学工業株式会社